

### VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Intérnationale Patentklassifikation 4:

C07D 213/06, 213/62 C09K 19/34

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

WO 89/10356

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

2. November 1989 (02.11.89)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP89/00408

**A1** 

(22) Internationales Anmeldedatum:

15. April 1989 (15.04.89)

(30) Prioritätsdaten:

P 38 14 346.1

28. April 1988 (28.04.88)

DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): MERCK PATENT GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG[DE/DE]; Frankfurter Strasse 250, D-6100 Darmstadt (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): WÄCHTLER, Andreas [DE/DE]; Goethestr. 39, D-6103 Griesheim (DE). KRAUSE, Joachim [DE/DE]; Samuel-Morse-Str. 14, D-6110 Dieburg (DE). REIFFENRATH, Volker [DE/DE]; Jahnstr. 18, D-6101 Rosdorf (DE). FINKENZELLER, Ulrich [DE/DE]; Waldpfad 74, D-6831 Plankstadt (DE). GEELHAAR, Thomas [DE/DE]; Trajanstr. 12, D-6500 Mainz (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), BE (europäisches Patent), CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, KR, LU (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: PYRIDINE DERIVATIVES

(54) Bezeichnung: PYRIDINDERIVATE

$$R^{1}-(-\sqrt{-z^{1}})_{n}-\sqrt{-z^{-A-(A^{1})}_{m}-R^{2}}$$
 (I)

(57) Abstract

Compounds of formula (I), wherein A denotes a pyridine ring, are particularly useful as components of liquid-crystal.

(57) Zusammenfassung

Verbindungen der Formel (I), worin A ein Pyridinring bedeutet sind hervorragend als Komponenten flüssigkristalliner Phasen geeignet.

# LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

| AT Österreich AU Australien BB Barbados BE Belgien BG Bulgarien BJ Benin BR Brasilien CF Zentrale Afrikanische Republik CG Kongo CH Schweiz CM Kamerun DE Deutschland, Bundesrepublik DK Dänemark FI Finnland  FR Frankreich GA Gabun Ungarn It Italien Japan KP Demokratische Volksrepublik Korea KR Republik Korea LI Liechtenstein LU Luxemburg Monaco Madagaskar ML Mali | MR Mauritanien MW Malawi NL Niederlande NO Norwegen RO Rumänien SD Sudan SE Schweden SN Senegal SU Soviet Union TD Tschad TG Togo US Vereinigte Staaten von Amerika |
|--|---|
|--|---|

Y CN, Halogen, Methyl oder Methoxy, und

eine von Y verschiedene Alkylgruppe mit 1 bis
15 C-Atomen, worin auch eine oder zwei nicht
benachbarte CH<sub>2</sub>-Gruppen durch -O-, -CO-,
-O-CO-, -CO-O- und/oder -CH=CH- ersetzt sein
können, bedeutet

-co-o-\(\frac{0}{N}\)-,

z<sup>1</sup> -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> oder eine Einfachbindung,

.A<sup>1</sup> -O-CO-Phe-,

Phe unsubstituiertes oder ein- oder mehrfach

durch F- und/oder Cl-Atome und/oder CH<sub>3</sub>und/oder CN-Gruppen substituiertes 1,4Phenylen,

n 0 oder 1

und

20 m 0 oder 1

bedeutet,

sowie die Verwendung dieser Verbindungen als Komponenten flüssigkristalliner Phasen.

## Pyridinderivate

Die Erfindung betrifft Pyridinderivate der Formel I

$$R^{1}-(-(-1)^{-2})_{n}-(-(A^{1})_{m}-R^{2})$$

worin

einen Alkylrest mit 1-15 C-Atomen oder einen

Alkenylrest mit 2-15 C-Atomen, wobei in diesen

Resten auch eine CH<sub>2</sub>-Gruppe durch -0-, -CO-,

-O-CO- oder -CO-O- ersetzt sein kann,

eine der Bedeutungen von R<sup>1</sup> oder einen optisch aktiven Rest

worin

X -CO-O-, -O-CO-, -O-CO-O-, -CO-, -O-, -S-,
-CH=CH-, -CH=CH-COO- oder eine Einfachbindung,

Alkylen mit 1 bis 5 C-Atomen, worin auch eine nicht mit X verknüpfte CH<sub>2</sub>-Gruppe durch -O-, -CO-, -O-CO-, -CO-O- oder -CH-CH- ersetzt sein kann, oder eine Einfachbindung,

Der Einfachheit halber bedeuten im folgenden Cyc eine 1,4-Cyclohexylengruppe, Phe eine 1,4-Phenylengruppe und PheX eine durch F- und/oder Cl-Atome und/oder CH<sub>3</sub>- und/oder CN-Gruppen ein- oder mehrfach substituierte 1,4-Phenylengruppe.

5

25

Die Verbindungen der Formel I können wie ähnliche Verbindungen als Komponenten flüssigkristalliner Phasen verwendet werden, insbesondere für Displays, die auf dem Prinzip der verdrillten Zelle (TN-Displays), dem Guest-Host-Effekt,

dem ECB-Effekt, dem Effekt der Deformation aufgerichteter Phasen, dem Effekt der dynamischen Streuung oder dem SSFLC-Prinzip beruhen, oder auch für TFT- oder STN-Mischungen. Für hochinformative Flüssigkristall-Anzeigeelemente mit besonders kurzen Schaltzeiten werden flüssigkristalline Phasen benötigt, die sehr niedrige Viskositäten und besonders vorteilhafte elastische Konstanten aufweisen.

Der Erfindung lag die Aufgabe zugrunde, neue stabile flüssigkristalline oder mesogene Verbindungen aufzu20 finden, die als Komponenten flüssigkristalliner Phasen geeignet sind.

Es wurde gefunden, daß die Verbindungen der Formel I als Komponenten flüssigkristalliner Phasen vorzüglich geeignet sind. Insbesondere sind mit ihrer Hilfe stabile flüssigkristalline Phasen für hochinformative Displays mit kurzen Schaltzeiten herstellbar. Ferner eignen sich bestimmte Verbindungen der Formel I, auch als Komponenten ferroelektrischer Flüssigkristallphasen beispielsweise für Displays nach dem SSFLC-Prinzip.

Mit der Bereitstellung der Verbindungen der Formel I wird außerdem ganz allgemein die Palette der flüssigkristallinen Substanzen, die sich unter verschiedenen anwendungstechnischen Gesichtspunkten zur Herstellung flüssigkristalliner Gemische eignen, erheblich verbreitert.

5

10

15

30

Die Verbindungen der Formel I besitzen einen breiten Anwendungsbereich. In Abhängigkeit von der Auswahl der Substituenten können diese Verbindungen als Basismaterialien dienen, aus denen flüssigkristalline Phasen zum überwiegenden Teil zusammengesetzt sind; es können aber auch Verbindungen der Formel I flüssigkristallinen Basismaterialien aus anderen Verbindungsklassen zugesetzt werden, um beispielsweise die dieelektrische und/oder optische Anisotropie oder andere Parameter eines solchen Dielektrikums zu optimieren. Die Verbindungen der Formel I eignen sich ferner als Zwischenprodukte zur Herstellung anderer Substanzen, die sich als Bestandteile flüssigkristalliner Phasen verwenden lassen.

Die Verbindungen der Formel\_I (m = 0) zeigen niedrige Werte für die Viskosität und vorteilhafte Werte der elastischen Konstanten für Anwendung in hochinformativen Displays wie z.B. für STN- oder TFT-Displays.

Weiter sind Verbindungen der Formel, worin m = 1, hervorragend als Komponenten ferroelektrischer Flüssigkristallphasen geeignet.

Die Verbindungen der Formel I sind in reinem Zustand farblos und bilden flüssigkristalline Mesophasen in einem für die elektrooptische Verwendung günstig gelegenen Temperaturbereich. Chemisch, thermisch und gegen Licht sind sie sehr stabil. Gegenstand der Erfindung sind somit die Verbindungen der Formel I sowie die Verwendung der Verbindungen der Formel I als Komponenten flüssigkristalliner Phasen. Gegenstand der Erfindung sind ferner flüssigkristalline Phasen mit einem Gehalt an mindestens eine Verbindung der Formel I sowie Flüssigkristallanzeigeelemente, die derartige Phasen enthalten.

5

10

Vor- und nachstehend haben R<sup>1</sup>, Z<sup>1</sup>, n, Z, A, A<sup>1</sup>, m und R<sup>2</sup> die angegebene Bedeutung, sofern nicht ausdrücklich etwas anderes vermerkt ist.

Die Verbindungen der Formel I umfassen dementsprechend Verbindungen der Teilformel Ia (mit zwei Ringen), Ib bis Id (mit drei Ringen) und Ie bis If (mit vier Ringen):

20 Darunter sind diejenigen der Teilformeln Ia, Ib, Ic und Id besonders bevorzugt.

Die bevorzugten Verbindungen der Teilformel Ia umfassen solche der Teilformeln Iaa bis Iah:

$$R^{1}-Cyc-Coo-O_{N}-R^{2}$$

$$R^{1}-Cyc-CH_{2}O-O_{N}-R^{2}$$
Iab

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\binom{0}{N}$ - $R^2$ 

Iac

Alkyl-cyc-coo-
$$\left(\begin{array}{c} 0 \\ N \end{array}\right)$$
-R<sup>2</sup>

Iad

Iae

Iaf

Iag

10

0

Tah

Darunter sind diejenigen der Formeln Iaa, Iac, Iae, Iaf und Iah besonders bevorzugt.

Die bevorzugten Verbindungen der Teilformel Ib umfassen solche der Teilformeln Iba bis Ibi:

$$R^{1}$$
-Cyc-Cyc-Coo- $\left(\begin{array}{c} O \\ N \end{array}\right)$ - $R^{2}$ 

Iba

Ibb

Ibc

$$R^1$$
-Cyc-Cyc-CH<sub>2</sub>O- $\left(\begin{array}{c} O \\ N \end{array}\right)$ - $R^2$  Ibe

$$R^1$$
-Cyc-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\left(\begin{array}{c} O \\ N \end{array}\right)$ - $R^2$  Ibg

Darunter sind diejenigen der Teilformeln Ibc, Ibd, Ibe, Ibh, Ibi und Ibj besonders bevorzugt.

Die bevorzugten Verbindungen der Teilformel Ic umfassen diejenigen der Teilformeln Ica bis Icj:

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-COO- $\left(\begin{array}{c} O \\ N \end{array}\right)$ -R<sup>2</sup> Ica

20

$$Alkyl-Cyc-CH2CH2-Cyc-COO-\left(O_{N}-R^{2}\right)$$
 Icb

Alkyl-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-COO-
$$\left\langle O_{N}\right\rangle$$
-Alkyl Icc

Alkyl-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-COO-
$$\left\langle 0\right\rangle$$
-OAlkyl Icd

5 
$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\left\langle O\right\rangle$ - $R^2$  Ice

$$Alkyl-Cyc-CH_2CH_2-Cyc-CH_2CH_2-\sqrt{O}-R^2$$
 Icf

Alkyl-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-
$$\stackrel{\circ}{\text{N}}$$
-Alkyl Icg

$$\texttt{Alkyl-Cyc-CH}_2\texttt{CH}_2\texttt{-Cyc-CH}_2\texttt{CH}_2\texttt{-} \underbrace{\texttt{O}}_{\texttt{N}} \texttt{-OAlkyl} \qquad \texttt{Ich}$$

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-CH<sub>2</sub>O- $\left\langle O\right\rangle$ - $R^2$  Ici

15 
$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-Cyc-CH<sub>2</sub>O- $\left(\begin{array}{c} O \\ N \end{array}\right)$ -OAlkyl Icj

Darunter sind diejenigen der Formeln Icc, Icd, Icg und Ich besonders bevorzugt.

Die bevorzugten Verbindungen der Teilformel Id umfassen 20 diejenigen der Teilformeln Ida bis Idd:

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\langle 0 \rangle$ -O-CO-Phe- $R^2$  Ida

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\langle 0 \rangle$ -O-CO-PheX- $R^2$  Idb

$$R^1$$
-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\langle 0 \rangle$ -O-CO-Phe-Alkoxy Idc

5 Darunter sind diejenigen der Fomeln Ida, Idg und Idh besonders bevorzugt.

Die bevorzugten Verbindungen der Teilformeln Ie und If umfassen diejenigen der Teilformeln Iea bis Iec:

10 
$$R^1$$
-Cyc- $Z^1$ -Cyc- $CH_2$ CH<sub>2</sub>- $O$ -O-CO-Phe- $R^1$  Iea

$$R^1$$
-Cyc- $Z^1$ -Cyc- $CH_2$ CH<sub>2</sub>- $O$ -O-CO-PheX- $R^2$  leb

$$\text{Alkyl-Cyc-z}^1 - \text{Cyc-cH}_2 \text{CH}_2 - \underbrace{\text{O}}_2 - \text{O-co-phex-R}^2 \quad \text{Iec}$$

Darin bedeutet Z<sup>1</sup> vorzugsweise eine Einfachbindung.

In den Verbindungen der vor- und nachstehenden Formeln bedeuten  $R^1$  und  $R^2$  vorzugsweise Alkyl, -O-Alkyl, -OCO-Alkyl oder Oxaalkyl.

Besonders bevorzugt bedeutet  $R^1$  Alkyl und  $R^2$  Alkyl, Alkoxy oder -OCO-Alkyl.

Ferner sind für R<sup>1</sup> und/oder R<sup>2</sup> Alkenylgruppen bevorzugt.

Besonders bevorzugt sind auch Substanzen der Formel I, worin R<sup>2</sup> einen optisch aktiven Rest der Formel

bedeutet, worin

5

- -CO-O-, -O-CO-, -O-CO-, -CO-, -O-, -S-, -CH=CH-, X -CH=CH-COO- oder eine Einfachbindung,
- Alkylen mit 1 bis 5 C-Atomen, worin auch eine nicht Q 10 mit X' verknüpfte CH2-Gruppe duch -0-, -CO-, -O-CO-, -CO-O- oder -CH=CH- ersetzt sein kann, oder eine Ein-·Y
  - CN, Halogen, Methyl oder Methoxy, und  $R^3$
- eine von Y verschiedene Alkylgruppe mit 1 bis 15 15 C-Atomen, worin auch eine oder zwei nicht benachbarte CH<sub>2</sub>-Gruppen durch -0-, -CO-, -CO-, -CO-Ound/oder -CH=CH- ersetzt sein können, bedeutet.

- Folgende Gruppe von optisch aktiven Resten ist ganz besonders bevorzugt:
- -O-CH<sub>2</sub>C\*HF-Alkyl, -O-CO-C\*HF-Alkyl, -O-CO-C\*HCl-Alkyl, -co-o-c\*HCN-Alkyl, -O-C\*CHCH3-COO-Alkyl, -COO-C\*HCH3-COO-Alkyl, -O-C\*HCH<sub>3</sub>-Alkyl oder -O-CH<sub>2</sub>-C\*HCH<sub>3</sub>-C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>.

Z-A bedeutet in erster Linie bevorzugt -COO- $\left\langle O\right\rangle$ -, in zweiter Linie bevorzugt -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\left\langle O\right\rangle$ -.

5 Z<sup>1</sup> bedeutet -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- oder eine Einfachbindung, vorzugsweise eine Einfachbindung.

Falls Z-A =  $-CH_2CH_2$  -  $\begin{pmatrix} N - \\ O \end{pmatrix}$  -, ist vorzugsweise  $R^2$  = -O-CO-Alkyl und/oder vorzugsweise

10 m = 1 und/oder  $Z^1 = -CH_2CH_2^-$ .

Cyc bedeutet eine trans-1,4-Cyclohexylengruppe und  $A^1 = -0$ -CO-Phe.

Phe ist vorzugsweise eine unsubstituierte 1,4-Phenylengruppe, kann aber auch ein- oder mehrfach, vorzugsweise 15 ein- oder zweifach durch F, Cl, CH<sub>3</sub> und/oder CN substituiert vorliegen. Bevorzugt ist eine Mono-Substitution durch Fluor, insbesondere bevorzugt ist eine Di-Substitution in 2,3-Position durch Fluor.

n bedeutet vorzugsweise 1 und m vorzugsweise 0.

- Die Alkylreste in den Gruppen R<sup>1</sup> und/oder R<sup>2</sup> können geradkettig oder verzweigt sein. Vorzugsweise sind sie geradkettig, haben 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11 oder 12 C-Atome und bedeuten demnach bevorzugt Methyl, Ethyl, Propyl, Butyl, Pentyl, Hexyl, Heptyl, Octyl,
- Nonyl, Decyl, Undecyl oder Dodecyl, ferner Tridecyl, Tetradecyl oder Pentadecyl.

Insbesondere bevorzugt sind Verbindungen der Formel I

mit 
$$R^2$$
 = Methyl,  $m = 0$  und  $Z-A = -CH_2O-O_N$  - oder -coo- $O_N$  -.

5

25

30

Falls R<sup>1</sup> und/oder R<sup>2</sup> Alkylreste bedeuten, in denen eine ("Alkoxy" bzw. "Oxaalkyl") oder zwei ("Alkoxyalkoxy" bzw. "Dioxaalkyl") CH<sub>2</sub>-Gruppen durch O-Atome ersetzt sind, so können sie geradkettig, oder verzweigt sein.

Vorzugsweise sind sie geradkettig, haben 2, 3, 4, 5, 6 oder 7 C-Atome und bedeuten demnach bevorzugt Ethoxy, Propoxy, Butoxy, Pentoxy, Hexoxy, Heptoxy, 2-Oxapropyl (= Methoxymethyl), 2- (= Ethoxymethyl) oder 3-Oxabutyl (= 2-Methoxyethyl), 2-, 3- oder 4-Oxapentyl, 2-, 3-, 4- oder 5-Oxahexyl, 2-, 3-, 4-, 5- oder 6-Oxaheptyl, ferner

oder 5-Oxahexyl, 2-, 3-, 4-, 5- oder 6-Oxaheptyl, ferner Methoxy, Octoxy, Nonoxy, Decoxy, 2-, 3-, 4-, 5-, 6- oder 7-Oxaoctyl, 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7- oder 8-Oxanonyl, 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7-, 8- oder 9-Oxadecyl, 1,3-Dioxabutyl (= Methoxymethoxy), 1,3-, 1,4- oder 2,4-Dioxapentyl, 1,3-, 1,4-, 1,5-, 2,4-, 2,5- oder 3,5-Dioxahexyl, 1,3-,

20 1,3-,1,4-, 1,5-, 2,4-, 2,5- oder 3,5-Dioxahexyl, 1,3-, 1,4-, 1,5-, 1,6-, 2,4-, 2,5-, 2,6-, 3,5-, 3,6- oder 4,6-Dioxaheptyl.

Verbindungen der Formel I sowie der vor- und nachstehenden Teilformeln mit verzweigten Flügelgruppen R<sup>1</sup> bzw. R<sup>2</sup>
können gelegentlich wegen einer besseren Löslichkeit in
den üblichen flüssigkristallinen Basismaterialien von
Bedeutung sein. Verzweigte Gruppen dieser Art enthalten
in der Regel nicht mehr als eine Kettenverzweigung. Bevorzugte verzweigte Reste R<sup>2</sup> und R<sup>1</sup> sind Isopropyl, 2Butyl (= 1-Methylpropyl), Isobutyl (= 2-Methylpropyl),

2-Methylbutyl, Isopentyl (= 3-Methylbutyl), 2-Methylpentyl, 3-Methylpentyl, 2-Ethylhexyl, 2-Propylpentyl, 2-Octyl, Isopropoxy, 2-Methylpropoxy, 2-Methylbutoxy, 3-Methylbutoxy, 2-Methylpentoxy, 3-Methylpentoxy, 2-Ethylhexoxy, 1-Methylhexoxy, 1-Methylhexoxy, 1-Methylheptoxy, 2-Oxa-3-methylbutyl, 3-Oxa-4-methylpentyl, 2-Octyloxy, 2-Methyl-3-oxapentyl, 2-Methyl-3-oxa-hexyl.

5

20

Falls R<sup>1</sup> und/oder R<sup>2</sup> einen Alkenylrest bedeuten, so kann dieser geradkettig oder verzweigt sein. Vorzugsweise ist er geradkettig und hat 2 bis 10 C-Atome. Er bedeutet demnach bevorzugt Vinyl, Prop-1- oder Prop-2-enyl, But-1-, 2- oder But-3-enyl, Pent-1-, 2-, 3- oder Pent-4-enyl, Hex-1-, 2-, 3-, 4- oder Hex-5-enyl, Hept-1-, 2-, 3-, 4-, 5- oder Hept-6-enyl, Oct-1-, 2-, 3-, 4-, 5-, 6- oder Oct-7-enyl, Non-1-, 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7- oder Non-8-enyl, Dec-1-, 2-, 3-, 4-, 5-, 6-, 7-, 8- oder Dec-9-enyl.

Besonders bevorzugt sind auch Verbindungen der Formel I mit folgender Struktur Ig

Diese Verbindungen sind zwar in der J6 0149564 von der allgemeinen Formel umfaßt, jedoch sind keinerlei explizieten Beispiele vorhanden.

Es wurde nun gefunden, daß die Verbindungen der Formel Ig
niedrigere Schmelzpunkte, höhere Klärpunkte und damit eine
wesentlich breitere Mesophase aufweisen als die in der
J 60149564 aufgeführten Verbindungen, wie aus folgendem
Vergleich zu sehen ist.

|                 |     | W.         | , Terror | • · · · · · · · · · · · · · · · · · · · |   | i. |     |      | **  | Village State | 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - 1 - |   |              | Tati |        |             |
|-----------------|-----|------------|----------|---|---|----|-----|------|-----|---------------|---|---|--------------|------|--------|-------------|
|                 |     |            |          |   | • |    | •   | E. 1 |     | .*            | 1. I.A.                                 | * |              |      |        |             |
|                 | 130 |            |          |   |   |    |     |      | nt. |               |   |   |              |      | e gage |             |
| **              |     |            | •        |   |   |    | ,   | ± "  |     |               |   |   |              |      | - 67 ° |             |
| and the         | •   |            |          |   |   |    |     |      |     | +2 **         |   |   |              |      |        |             |
| ed<br>Sign      |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      | ,      | 1.1         |
| à.,             |     |            |          | .**                                     |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      | 1      | 1<br>1<br>4 |
| #1.<br>#1.      |     |            |          |   |   | •  |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| 1               |     |            |          |   |   |    |     |      |     | * *           |   |   | * · · · ·    |      |        | 20          |
| #\$.<br>Ts      |     | t          |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   | <del>*</del> |      |        | - 1         |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    | * . |      |     |               |   |   |              |      |        | - 4         |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        | ?           |
| بو              |     |            |          |   |   |    |     |      | ÷   |               |   |   |              |      |        | ,4          |
| Ž.              |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| Ŷ               | ~*  |            | *,       |   |   |    |     | •    |     |               |   |   |              |      |        |             |
| 11.<br>∉1       |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| 4               |     | 4.3.       |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     | *8         |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     | 1975)<br>1 |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      | '      |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| 1:50            |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| #<br>1 2<br>1 2 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| ir<br>Ku        |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 | -   |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| J               |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| 1               |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| ı               |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
|                 |     |            |          |   |   |    |     |      | •   |               |   |   |              |      |        |             |
| 1               |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| •               |     | -          |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |
| * **            |     |            |          |   |   |    |     |      |     |               |   |   |              |      |        |             |

$$C_2H_5-O$$
 -  $O$  -  $CH_2CH_2-O$  -  $C_3H_7$  (beschrieben in

J6 0149564) hat einen Schmelzpunkt von 85,1° und einen Klärpunkt von 92.9°. Dagegen hat eine Verbindung der

Formel Ig z.B. 
$$C_3H_7$$
-Cyc-Cyc-Cyc-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>- $\begin{pmatrix} o \\ N \end{pmatrix}$ - $C_2H_5$  einen

Schmelzpunkt von 41° und einen Klärpunkt von 136.6°. Der Mesophasenbereich ist also bei den erfindungsgemäßen Verbindungen um den Faktor 10-12mal breiter als bei den vorbeschriebenen Verbindungen. Die erfindungsgemäßen Verbindungen Ig sind daher sehr viel besser als Komponenten flüssigkristalliner Phasen geeignet.

Die Verbindungen der Formel I werden nach an sich bekannten Methoden hergestellt, wie sie in der Literatur (z.B. in den Standardwerken wie Houben Weyl, Methoden der Organischen Chemie, Georg-Thieme-Verlag, Stuttgart) beschrieben sind, und zwar unter Reaktionsbedingungen, die für die genannten Umsetzungen bekannt und geeignet sind. Dabei kann man von an sich bekannten, hier nicht erwähnten Varianten Gebrauch machen.

Ester der Formel I können durch Veresterung entsprechender Carbonsäuren (oder ihren reaktionsfähigen Derivaten) mit entsprechend 2-substituierten Pyridin-5-olen (oder den reaktionsfähigen Derivaten) erhalten werden.

Als reaktionsfähige Derivate der genannten Carbonsäuren eignen sich insbesondere die Säurehalogenide, vor allem die Chloride und Bromide, ferner die Anhydride, Azide und Ester, insbesondere Alkylester mit 1-4 C-Atomen in der Alkylgruppe.

Als reaktionsfähige Derivate der genannten Pyridin-5-olen kommen insbesondere die entsprechenden Metallalkoholate, vorzugsweise eines Alkalimetalls wie Na oder K, in Betracht.

- Die Umsetzungen werden vorzugsweise in Toluol/Pyridin, ausgehend vom Säurechlorid, oder auch mit DCC (Dicyclo-hexylcarbodiimid) in Gegenwart katalytischer Mengen DMAP (Dimethylaminopyridin) durchgeführt, ausgehend von der Carbonsäure selbst.
- Ether der Formel I (worin Z = -CH<sub>2</sub>O-) sind durch Veretherung entsprechender Hydroxyverbindungen herstellbar, wobei die Hydroxyverbindungen zweckmäßig zunächst in ein entsprechendes Metallderivat, z.B. durch Behandeln mit NaH, NaNH<sub>2</sub>, NaOH, KOH, Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, überführt wird. Dieses Metallderivat kann dann mit dem entsprechenden Alkylhalogenid, -sulfonat oder Dialkylsulfonat umgesetzt werden, zweckmäßig in einem inerten Lösungsmittel wie Aceton, 1,2-Dimethoxyethan, DMF oder Dimethylsulfoxid oder auch einem Überschuß an wäßriger oder wäßrig-alkoholischer NaOH oder KOH bei Temperaturen zwischen etwa 20° und 100°.

Verbindungen der Formel I mit Z-A = 
$$-CH_2CH_2 - \langle O \rangle$$

sind beispielsweise erhältlich durch Umsetzung der entsprechenden 2-Methylpyridine mit dem entsprechenden Alkylierungsmittel in Gegenwart einer Base wie z.B. Lithiumdiisopropylamid.

Die Ethanderivate können auch hergestellt werden durch Hydrierung der entsprechenden Alkene. Die Hydrierungen können nach allgemein bekannten Methoden durchgeführt werden.

Die Ausgangsverbindungen sind entweder bekannt oder durch einfache, literaturbekannte Reaktionen herstellbar.

Die erfindungsgemäßen flüssigkristallinen Medien enthalten vorzugsweise neben einer oder mehreren erfindungsgemäßen Verbindungen als weitere Bestandteile 2 bis 40, insbesondere 4 bis 30 Komponenten. Ganz besonders bevorzugt enthalten diese Medien neben einer oder mehreren erfindungsgemäßen Verbindungen 7 bis 25 Komponenten. Diese weiteren Bestandteile werden vorzugsweise ausgewählt aus nematischen oder nematogenen (monotropen oder isotropen) Sub-10 stanzen, insbesondere Substanzen aus den Klassen der Azoxybenzole, Benzylidenaniline, Biphenyle, Terphenyle, Phenyl- oder Cyclohexylbenzoate, Cyclohexan-carbonsäurephenyl- oder cyclohexyl-ester, Phenyl- oder Cyclohexylester der Cyclohexylbenzoesäure, Phenyl- oder Cyclohexyl-15 ester der Cyclohexylcyclohexancarbonsäure, Cyclohexylphenylester der Benzoesäure, der Cyclohexancarbonsäure, bzw. der Cyclohexylcyclohexancarbonsäure, Phenylcyclohexane, Cyclohexylbiphenyle, Phenylcyclohexylcyclohexane, Cyclohexylcyclohexane, Cyclohexylcyclohexene, Cyclohexyl-20 cyclohexylcyclohexene, 1,4-Bis-cyclohexylbenzole, 4,4'-Bis-cyclohexylbiphenyle, Phenyl- oder Cyclohexylpyrimidine, Phenyl- oder Cyclohexylpyridine, Phenyl- oder Cyclohexyldioxane, Phenyl- oder Cyclohexyl-1,3-dithiane, 1,2-Diphenylethane, 1,2-Dicyclohexylethane, 1-Phenyl-2-cyclo-25 hexylethane, 1-Cyclohexyl-2-(4-phenyl-cyclohexyl)-ethane, 1-Cyclohexyl-2-biphenylylethane, 1-Phenyl-2-cyclohexylphenylethane, gegebenenfalls halogenierten Stilbene, Benzylphenylether, Tolane und substituierten Zimtsäuren. Die 1,4-Phenylengruppen in diesen Verbindungen können 30 auch fluoriert sein.

Die wichtigsten als weitere Bestandteile erfindungsgemäßer Medien in Frage kommenden Verbindungen lassen sich durch die Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 charakterisieren:

|   | R'-L-E-R"                                  | 1 |
|---|--|---|
|   | R'-L-COO-E-R"                              | 2 |
|   | R'-L-OOC-E-R"                              | 3 |
|   | R'-L-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -E-R" | 4 |
| 5 | R'-L-C=C-E-R"                              | 5 |

20

25

30

In den Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 bedeuten L und E, die gleich oder verschieden sein können, jeweils unabhängig voneinander einen bivalenten Rest aus der aus -Phe-, -Cyc-, -Phe-Phe-, -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -Pyr-, -Dio-, -G-Phe- und -G-Cyc- sowie deren Spiegelbilder gebildeten Gruppe, wobei Phe unsubstituiertes oder durch Fluor substituiertes 1,4-Phenylen, Cyc trans-1,4-Cyclohexylen oder 1,4-Cyclohexenylen, Pyr Pyrimidin-2,5-diyl oder Pyridin-2,5-diyl, Dio 1,3-Dioxan-2,5-diyl und G 2-(trans-1,4-Cyclohexyl)-ethyl, Pyrimidin-2,5-diyl, Pyridin-2,5-diyl oder 1,3-Dioxan-2,5-diyl bedeuten.

Vorzugsweise ist einer der Rest L und E Cyc, Phe oder Pyr. E ist vorzugsweise Cyc, Phe oder Phe-Cyc. Vorzugsweise enthalten die erfindungsgemäßen Medien eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin L und E ausgewählt sind aus der Gruppe Cyc, Phe und Pyr und gleichzeitig eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin einer der Reste L und E ausgewählt ist aus der Gruppe Cyc, Phe und Pyr und der andere Rest ausgewählt ist aus der Gruppe -Phe-Phe-, -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -G-Phe- und -G-Cyc-, und gegebenenfalls eine oder mehrere Komponenten ausgewählt aus den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5, worin die Reste L und E ausgewählt sind aus der Gruppe -Phe-Cyc-, -Cyc-Cyc-, -G-Phe- und -G-Cyc-.

R' und R" bedeuten in den Verbindungen der Teilformeln la, 2a, 3a, 4a und 5a jeweils unabhängig voneinander Alkyl, Alkenyl, Alkoxy, Alkenyloxy oder Alkanoyloxy mit bis zu 8 Kohlenstoffatomen. Bei den meisten dieser Verbindungen sind R' und R" voneinander verschieden, wobei 5 einer dieser Reste meist Alkyl oder Alkenyl ist. In den Verbindungen der Teilformeln 1b, 2b, 3b, 4b und 5b bedeutet R" -CN, -CF3, F, Cl oder -NCS; R hat dabei die bei den Verbindungen der Teilformeln la bis 5a angegebene Bedeutung und ist vorzugsweise Alkyl oder Alkenyl. Aber 10 auch andere Varianten der vorgesehenen Substituenten in den Verbindungen der Formeln 1, 2, 3, 4 und 5 sind gebräuchlich. Viele solcher Substanzen oder auch Gemische davon sind im Handel erhältlich. Alle diese Substanzen sind nach literaturbekannten Methoden oder in Analogie 15 dazu erhältlich.

Die erfindungsgemäßen Medien enthalten vorzugsweise neben Komponenten aus der Gruppe der Verbindungen 1a, 2a, 3a, 4a und 5a (Gruppe 1) auch Komponenten aus der Gruppe der Verbindungen 1b, 2b, 3b, 4b und 5b (Gruppe 2), deren Anteile vorzugsweise wie folgt sind:

Gruppe 1: 20 bis 90 %, insbesondere 30 bis 90 %, Gruppe 2: 10 bis 80 %, insbesondere 10 bis 50 %,

wobei die Summe der Anteile der erfindungsgemäßen Verbin-25 dungen und der Verbindungen aus den Gruppen 1 und 2 bis zu 100 % ergeben.

Die erfindungsgemäßen Medien enthalten vorzugsweise 1 bis 40 %, insbesondere vorzugsweise 5 bis 30 % an erfindungsgemäßen Verbindungen. Weiterhin bevorzugt sind 30 Medien, enthaltend mehr als 40 %, insbesondere 45 bis 90 % an erfindungegemäßen Verbindungen. Die Medien enthalten vorzugsweise drei, vier oder fünf erfindungsgemäße Verbindungen.

Die Herstellung der erfindungsgemäßen Medien erfolgt in 5 an sich üblicher Weise. In der Regel werden die Komponenten ineinander gelöst, zweckmäßig bei erhöhter Temperatur. Durch geeignete Zusätze können die flüssigkristallinen Phasen nach der Erfindung so modifiziert werden, daß sie in allen bisher bekannt gewordenen Arten von 10 Flüssigkristallanzeigeelementen verwendet werden können. Derartige Zusätze sind dem Fachmann bekannt und in der Literatur ausführlich beschrieben (H. Kelker/R. Hatz, Handbook of Liquid Crystals, Verlag Chemie, Weinheim, 1980). Beispielsweise können pleochroitische Farbstoffe 15 zur Herstellung farbiger Guest-Host-Systeme oder Substanzen zur Veränderung der dielektrischen Anisotropie, der Viskosität und/oder der Orientierung der nematischen Phasen zugesetzt werden.

Die folgenden Beispiele sollen die Erfindung erläutern,

ohne sie zu begrenzen. mp. = Schmelzpunkt, cp. = Klärpunkt.

Vor- und nachstehend bedeuten Prozentangaben Gewichtsprozent; alle Temperaturen sind in Grad Celsius angegeben.

"Übliche Aufarbeitung" bedeutet: man gibt Wasser hinzu,
extrahiert mit Methylenchlorid, trennt ab, trocknet die

organische Phase, dampft ein und reinigt das Produkt durch
Kristallisation und/oder Chromatographie.

#### Es bedeuten ferner:

K: Kristallin-fester Zustand, S: smektische Phase (der Index kennzeichnet den Phasentyp), N: nematischer Zustand, Ch: cholesterische Phase, I: isotrope Phase.
 Die zwischen zwei Symbolen stehende Zahl gibt die Umwandlungstemperatur in Grad Celsius an.

## Beispiel 1

Zu einer Suspension von 22,4 g trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure, 13,3 g 2-Pentyl-5-hydroxypyridin (Herstellung: Bei -50° gibt man zu einer Lösung von 53 g Diisopropylamin in 350 ml THF 320 ml einer 1,6 m Lösung von n-Butyllithium in Hexan, 27,3 g 2-Methyl-5-hydroxypyridin in 750 ml THF und 44,5 g 1-Brombutan. Man rührt noch 30 Min. und läßt das Reaktionsgemisch dann auf Raumtemperatur kommen, hydrolysiert und stellt mit HCl einen pH-Wert von etwa 6,5 ein. Die organische Phase wird abgetrennt und 10 aufgearbeitet. Nach chromatographischer Reinigung (Hexan/ Kieselgel) erhält man 2-Pentyl-5-hydroxypyridin.) und einer katalytischen Menge Dimethylaminopyridin (DMAP) in 200 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> gibt man bei 0°-5° eine Lösung von 18.2 g DCC in 50 ml CH2Cl2. Anschließend rührt man 12 Stunden bei Raumtemperatur, filtriert den ausgefallenen Dicyclohexylharnstoff ab und arbeitet das Filtrat wie üblich auf. Nach Reinigung durch Chromatographie oder Kristallisation erhält man trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)-cyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-ester mit K 31° S<sub>B</sub> 181° 20 N 183,1° I.

## Analog werden hergestellt:

trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester

- trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester, K 4° S<sub>B</sub> 170° N 180.8° I
  trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester, K 20° S<sub>B</sub> 178° N 179,3° I
  trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
- 30 (2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
   trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure (2-pentyl-pyridin-5-yl)ester

```
trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester, K 80° S_C (71°) N 204,8 I
    trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
5
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
10
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
15
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
20
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
25
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
30
     (2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-propyl-pyridin-5-yl)ester
```

```
trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
```

- trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
- trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-

20 (2-hexyl-pyridin-5-yl)ester.

(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-

trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure
(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester

```
trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
 5
    trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
10
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
15
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyl-pyridin-5-yl)ester
20
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
25
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester, mp. 98°, cp. 169,2°
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester
30
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methyl-pyridin-5-yl)ester
```

```
trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
 5
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     saure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
10
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
15
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
20
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
25
     säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
```

säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester

30

trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-

```
säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
    säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
 5
    trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
    säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
10
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
15
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
20
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
25
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ester
30
```

```
trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
    5-yl)-ester
    trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 37°, cp. 38°
5
    trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
    5-yl)-ester
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 16°, cp. 65°
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
10
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
     5-vl)-ester
     trans-4-Octylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
     5-yl)-ester
15
     trans-4-Nonylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 34°
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 40°, cp. 0°
20
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 41°, cp. 20°
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester, mp. 48°, cp. 39°
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
25
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Octylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
30
     5-yl)-ester
     trans-4-Nonylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester
```

```
trans-4-Decylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Undecylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Dodecylcyclohexancarbonsäure-(2-methyl-pyridin-
 5
     5-yl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
10
     5-yl)-ester
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
15
    trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Octylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
20
     5-yl)-ester
     trans-4-Nonylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Decylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
25
     trans-4-Undecylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Dodecylcyclohexancarbonsäure-(2-ethyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
30
     5-yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
```

```
trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
 5
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Octylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
10
     5-yl)-ester
    trans-4-Nonylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Decylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Undecylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
15
     5-yl)-ester
    trans-4-Dodecylcyclohexancarbonsäure-(2-propyl-pyridin-
    5-yl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
20
    5-yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
25
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
30
     trans-4-Octylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
```

```
trans-4-Nonylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
    5-yl)-ester
    trans-4-Decylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
    5-yl)-ester
5
    trans-4-Undecylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
    5-yl)-ester
    trans-4-Dodecylcyclohexancarbonsäure-(2-butyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
10
     5-yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
     5-yl)-ester
    trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
15
     5-yl)-ester
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-hexyl-pyridin-
20
     5-yl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
25
     5-yl)-ester
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
     5-yl)-ester
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
30
     5-yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-heptyl-pyridin-
     5-yl)-ester
```

## Beispiel 2

10

Zu 0,1 mol trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure, 0,1 mol 5-Hydroxy-2-methoxy-pyridin (Darstellung analog R. Adams et al., J. Amer. Chem. Soc. 69, 1806-1808 (1947) und L. Rodes et al., Rev. CENIC, Cienc Fis (1973), 4 (1-2), 81-7, CA 84 745050x) und einer katalytischen Menge DMAP in 250 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> gibt man unter Feuchtigkeitsausschluß bei 0° eine Lösung von 0,1 mol DCC in CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Man rührt 12 Stunden bei Raumtemperatur, filtriert den Dicyclohexyl-

Nach Reinigung durch Chromatographie und/oder Kristallisation erhält man trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2methoxy-pyridin-5-yl)-ester.

harnstoff ab und arbeitet das Filtrat auf.

Analog werden hergestellt:

- trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-methoxypyridin-5-yl)-ester
  trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-methoxypyridin-5-yl)-ester
  trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-methoxypyridin-5-yl)-ester
  - trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)-ester trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)-ester
- 25 trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-ethoxy-pyridin-5yl)-ester
  trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-ethoxy-pyridin-5yl)-ester

```
trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-propoxypyridin-5-
    yl)-ester
    trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-propoxypyridin-5-
    yl)-ester
5
    trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-propoxypyridin-5-
    vl)-ester
    trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-propoxypyridin-5-
    yl)-ester
    trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
10
    yl)-ester
    trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
    yl)-ester
    trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
    yl)-ester
15
    trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
    yl)-ester
    trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
    yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-butoxypyridin-5-
20
    vl)-ester
     trans-4-Ethylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
     yl)-ester
     trans-4-Propylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
     yl)-ester
     trans-4-Butylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
25
     yl)-ester
     trans-4-Pentylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
     yl)-ester
     trans-4-Hexylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
30
     yl)-ester
     trans-4-Heptylcyclohexancarbonsäure-(2-pentyloxypyridin-5-
     yl)-ester
```

```
trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
 5
    trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
10
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
15
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
20
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
25
     säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
```

säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester

30

trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-

```
säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
 5
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
10
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
15
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
20
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
25.
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
30
```

```
trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
    säure-(2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Propylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
    säure-(2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Butylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
5
    säure-(2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
     säure-(2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexylethyl)cyclohexancarbon-
10
     säure-(2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
15
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
20
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-pentyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
25
     (2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
30
```

```
trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-methoxy-pyridin-5-yl)ester
```

- trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester
- trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-ethoxy-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-

- 20 (2-propoxy-pyridin-5-yl)ester trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl
  - trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
  - trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
- trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester
  trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-propoxy-pyridin-5-yl)ester

trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure30 (2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure(2-butoxy-pyridin-5-yl)ester

```
trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
5
     (2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-butoxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
10
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
    trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
15
    trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
20
     (2-hexyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
25
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
30
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-
     (2-heptyloxy-pyridin-5-yl)ester
```

#### Beispiel 3

5

- a) 0,1 mol trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyliodid, 13,8 g wasserfreies K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, 0,1 mol 3Hydroxy-6-methylpyridin und 1,1 g Benzyltriethylammoniumchlorid werden in 100 ml Methylethylketon
  30 Stunden am Rückfluß erhitzt. Das Reaktionsgemisch
  wird mit Wasser versetzt und die organische Phase wie
  üblich aufgearbeitet. Nach Reinigung durch Kristallisation erhält man
- trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyridin-5-yl)ether.
- b) Man gibt bei -30 °C zu einer Lösung von Lithiumdiisopropylamid (1,44 g Diisopropylamin und 3 ml 1,6 N
  Butyllithium in Hexan) in 25 ml THF 1,83 g 1,3-Dimethyltetrahydro-2-(1H)-pyrimidinon (DMPU), 5,2 g
  des in a) hergestellten Pyridinethers und 1,81 g
  Brombutan. Anschließend rührt man das Reaktionsgemisch 12 Stunden unter langsamer Erwärmung auf
  Raumtemperatur. Nach üblicher Aufarbeitung erhält
  man trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-ether.

#### Analog werden hergestellt:

trans-(4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyridin-5-yl)ether, mp. 92°, cp. 148°

trans-(4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyridin-5-yl)ether
trans-(4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyridin-5-yl)ether

trans-(4-Hexylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyri-

```
din-5-yl)ether
     trans-(4-Heptylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyri-
    din-5-yl)ether
5
    trans-(4-Octylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-methyl-pyri-
     din-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
    pentyl-pyridin-5-yl)ether, K 59° S<sub>R</sub> 100° N 129.2 I
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
10
    pentyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     pentyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Hexylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
    pentyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Heptylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
15
     pentyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Octylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     pentyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
20
     ethyl-pyridin-5-yl)ether_
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     ethyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     ethyl-pyridin-5-yl)ether
25
     trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     ethyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
     propyl-pyridin-5-yl)ether
     trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
30
     propyl-pyridin-5-yl)ether
```

```
trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)ether
trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)ether
```

- trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
- butyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)ether
  - trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ether
- trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-
- 20 hexyl-pyridin-5-yl)ether
  - trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ether
  - trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ether
- 25 trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2heptyl-pyridin-5-yl)ether
  trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)cyclohexylmethyl-(2heptyl-pyridin-5-yl)ether

```
trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
     ether
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
     ether
 5
     trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
     ether
     trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
     trans-4-Octylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
10
     trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-methylpyridin-5-yl)
     ether
     trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
     ether
15
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
     trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
20
     ether
     trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-pentyl-pyridin-5-yl)-
     ether
25
     trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-
30
     ether
     trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-
     ether
```

trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ether trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)-5 trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)ether trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)--10 ether trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ether 15 trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ether trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)ether trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-heptyl-pyridin-5-yl)-

### Beispiel 4

ether

20

0,1 m 5-Hydroxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl-ethyl)cyclohexyl]ethyl}-pyridin (Darstellung erfolgt z.B. durch Umsetzung von 2-Methyl-5-hydroxypyridin und trans-4-(trans-4-Pentylcyclohexylethyl)-cyclohexylmethyliodid analog Beispiel 1) werden in Methylethylketon in Gegenwart von 0,12 mol K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (wasserfrei) und 0,1 mol Brompentan 24 Stunden am Rückfluß erhitzt. Man arbeitet wie üblich auf und erhält nach chromatographischer Reinigung 5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)cyclohexyl]-ethyl}-pyridin, mit K 65° S<sub>C</sub> (54°) S<sub>B</sub> 142° I.

trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-

```
ether
    trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-ethyl-pyridin-5-yl)-
    ether
5
    trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
    ether
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
10
     ether
     trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
     trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-propyl-pyridin-5-yl)-
15
     ether
     trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
20
     trans-4-Butylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Pentylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Hexylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
25
     trans-4-Heptylcyclohexylmethyl-(2-butyl-pyridin-5-yl)-
     ether
     trans-4-Ethylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)-
30
     ether
     trans-4-Propylcyclohexylmethyl-(2-hexyl-pyridin-5-yl)-
     ether
```

Analog werden hergestellt:

```
5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
    cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
5
    cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Pentyloxy-2-{2-{trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Butoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
10
    5-Butoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Butoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Butoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
15
    cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin_
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
20
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
25
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
30
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
```

```
5-Methoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Methoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
    5-Methoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
 5
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Methoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Hexyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-_
10
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Hexyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Hexyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
15
     5-Hexyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Heptyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Heptyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-
20
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Heptyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
     5-Heptyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
25
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclo-
     hexylethyl)-cyclohexyl]-ethyl}-pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-
     hexylethyl)-cyclohexyl]-ethyl}-pyridin
```

```
5-(2-Fluoroctyloxy)-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-
    hexyl)cyclohexyl]-ethyl}-pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-
    hexyl)cyclohexyl]-ethyl}-pyridin
5
    5-(2-Fluoroctyloxy)-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclo-
    hexyl)cyclohexyl]-ethyl}-pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-ethyl]-
    pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-ethyl]-
10
    pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-ethyl]-
     pyridin
     5-(2-Fluoroctyloxy)-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-ethyl]-
     pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclo-
15
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclo-
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Ethoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclo-
20
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclo-
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclo-
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Propoxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclo-
25
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclo-
     hexyl]ethyl}-pyridin
     5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-
30
     cyclohexyl]ethyl}-pyridin
```

5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclohexyl]ethyl}-pyridin 5-Pentyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclohexyl]ethyl}-pyridin

### 5 Beispiel 5

10

Zu einer Suspension von 0,1 mol 5-Hydroxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin (Darstellung analog Bei-spiel 1), 0,1 mol 4-Pentyloxybenzoesäure und einer katalytischen Menge DMAP in 200 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> gibt man bei 0°-5° eine Lösung von 18,2 g DCC in 50 ml CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>.

Man rührt 12 Stunden bei Raumtemperatur, filtriert ab und arbeitet das Filtrat wie üblich auf. Nach Reinigung durch Kristallisation erhält man 4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester.

### 15 Analog werden hergestellt:

4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester

4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-Pentyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester

4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester

```
4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-
 5
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Butoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Propoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-
10
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Propoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Propoxy-benzoesäure-{2~[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-Propoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
15
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Propoxy-benzoesaure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-Propoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-
20
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
25
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-
30
    ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-Ethoxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
```

```
4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
 5
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-
10
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Hexyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-
15
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
20
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Heptyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)-
25
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)-
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
     4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)-
30
     ethyl]-pyridin-5-yl}ester
```

```
4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester, K 63° S (54°) S<sub>C</sub> 112° S<sub>A</sub> 134°
5 N 144° I
```

4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester

## Beispiel 6

10

15

20

Analog Beispiel 5 erhält man durch Umsetzung von 5-Hydroxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin und Propionsäure 5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin.

Analog werden hergestellt:

hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester

5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)ethyl]pyridin
5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)ethyl]pyridin
5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]pyridin

```
5-Ethylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Ethylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
 5
     5-Ethylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Ethylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Butylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)ethyl]-
10
    pyridin
     5-Butylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Butylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
15
     5-Butylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)ethyl]-
20
    pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-
    pyridin
25
     5-Pentylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclo-
     hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-
     hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-
30
     hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
     5-Pentylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclo-
     hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
```

- 4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester
  4-Octyloxy-benzoesäure-{2-[2-(trans-4-heptylcyclohexyl)-ethyl]-pyridin-5-yl}ester, K 63° S (54°) S<sub>C</sub> 112° S<sub>A</sub> 134°
  5 N 144° I
  - 4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-ethylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
    4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-propylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
- 4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-butylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
  4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-pentylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester
  4-(2-Fluoroctyloxy)benzoesäure-{2-[2-(trans-4-hexylcyclo-hexyl)ethyl]-pyridin-5-yl}ester

# Beispiel 6

20

Analog Beispiel 5 erhält man durch Umsetzung von 5-Hydroxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin und Propionsäure 5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-pentylcyclohexyl)ethyl]-pyridin.

Analog werden hergestellt:

- 5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-ethylcyclohexyl)ethyl]-pyridin
- 5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-propylcyclohexyl)ethyl]25 pyridin
  - 5-Propylcarbonyloxy-2-[2-(trans-4-butylcyclohexyl)ethyl]-pyridin

### Beispiel 7

Durch selektive Alkylierung von 2-Methyl-5-pentyl-pyridin mit Lithiumdiisopropylamid in THF bei -30° (analog Bsp. 3b) mit trans-4-(trans-4-Ethylcyclohexylethyl)-cyclohexyl-methyliodid erhält man 5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-ethyl-cyclohexylethyl)-cyclohexylethyl]-pyridin.

Analog werden hergestellt:

```
5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-cyclo-hexylethyl)-pyridin
```

- 5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Hexyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-cyclo-
- 15 hexylethyl)-pyridin
  - 5-Heptyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
- 5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclo-
- 25 hexylethyl)-pyridin
  - 5-Hexyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin
  - 5-Heptyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexylethyl)-cyclohexylethyl)-pyridin

```
5-Butylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
5-Butylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-
```

- hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Butylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-
- 5-Butylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Butylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
- 5-Propylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Propylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin, K 68° S<sub>B</sub> 160° N 173.7 I 5-Propylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
- 5-Propylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
- 5-Ethylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Ethylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-propylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Ethylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-butylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
  5-Ethylcarbonyloxy-2-{2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclo-hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin
- 5-Methylcarbonyloxy-2-{2-{trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)cyclohexyl}ethyl}pyridin 5-Methylcarbonyloxy-2-{2-{trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin, K 115° S<sub>B</sub> 147° N 156,8° I 5-Methylcarbonyloxy-2-{2-{trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin 5-Methylcarbonyloxy-2-{2-{trans-4-(trans-4-pentylcyclo-

hexyl)cyclohexyl]ethyl}pyridin

```
5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
 5
    5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
     5-Hexyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
10
    hexylethyl)-pyridin
     5-Heptyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
     5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
    hexylethyl)-pyridin
15
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
     hexylethyl)-pyridin
     5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
     hexylethyl)-pyridin
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
20
     hexylethyl)-pyridin
     5-Hexyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
     hexylethyl)-pyridin
     5-Heptyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexylethyl)-cyclo-
     hexylethyl)-pyridin
25
     5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclohexyl-
30
     ethyl)-pyridin
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-ethylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
```

```
5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclohexyl-
    ethyl)-pyridin, K 41° S<sub>R</sub> 131° N 136,6 I
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin, K 13° S_{\overline{B}} 135° I
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-propylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclohexyl-
10
     ethyl)-pyridin
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-butylcyclohexyl)-cyclohexyl-
15
     ethyl)-pyridin
     5-Ethyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Propyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclohexyl-
20
     ethyl)-pyridin
     5-Butyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     5-Pentyl-2-[trans-4-(trans-4-pentylcyclohexyl)-cyclohexyl-
     ethyl)-pyridin
     Folgendes Beispiel betrefft eine erfindungsgemäße flüssig-
25
     kristalline Phase.
     Beispiel A:
     Eine flüssigkristalline Phase, bestehend aus
```

12 % 4-(trans-4-Propylcyclohexyl)-benzonitril,
8 % 4-(trans-4-Butylcyclohexyl)-benzonitril,

30

- 13 % trans-4(4-Ethoxyphenyl)-1-propylcyclohexan,
- 11 % trans-4-(4-Butoxyphenyl)-1-propylcyclohexan,
  - 8 % trans-4-(4-Ethoxyphenyl)-1-butylcyclohexan,
  - 9 % trans-4-(4-Methoxyphenyl)-1-pentylcyclohexan,
- 5 % trans-4-(4-Ethoxyphenyl)-1-pentylcyclohexan,
  - 5 % trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbon-säure-(4-propylphenyl)ester,
  - 5 % trans-4-(trans-4-Propylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-pentylpyridin-5-yl)ester,
- 5 % trans-4-trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbon-säure-(4-propylphenyl)ester,
  - 5 % trans-4-(trans-4-Butylcyclohexyl)cyclohexancarbonsäure-(2-pentylpyridin-5-yl)ester,
  - 4 % 4,4'-Bis-(trans-4-propylcyclohexyl)-biphenyl,
- 5 % 4,4'-Bis-(trans-4-pentylcyclohexyl)-biphenyl und
  - 5 % 4-(trans-4-Pentylcyclohexyl)-4'-(trans-4-propyl-cyclohexyl)-biphenyl

hat einen Klärpunkt von 90° und eine Viskosität von 19 mm<sup>2</sup>/s (bei 20°).

### Patentansprüche

1. Pyridinderivate der Formel I

$$R^{1}-(-(-1)_{n}-(-1)_{n}-(-1)_{m}-R^{2}$$

worin

einen Alkylrest mit 1-15 C-Atomen oder einen Alkenylrest mit 2-15 C-Atomen, wobei in diesen Resten auch eine CH<sub>2</sub>-Gruppe durch -O-, -CO-, -O-CO- oder -CO-O- ersetzt sein kann,

eine der Bedeutungen von R<sup>1</sup> oder einen optisch aktiven Rest

15 worin

X -CO-O-, -O-CO-, -O-CO-O-, -CO-, -O-, -S-, -CH=CH-, -CH=CH-COO- oder eine Einfach-bindung,

Q Alkylen mit 1 bis 5 C-Atomen, worin auch eine nicht mit X verknüpfte CH<sub>2</sub>-Gruppe durch -O-, -CO-, -O-CO-, -CO-O- oder -CH=CH- ersetzt sein kann, oder eine Einfachbindung,

| Y | CN.  | Halogen. | Methvl    | oder | Methoxy, | und |
|---|------|----------|-----------|------|----------|-----|
| • | CIT, | narogen, | Me cull T | Oder | Mechoxy, | unu |

|   | $R^3$ | eine von Y verschiedene Alkylgruppe mit    |
|---|-------|--|
|   |       | 1 bis 15 C-Atomen, worin auch eine oder    |
|   |       | zwei nicht benachbarte CH2-Gruppen durch   |
| 5 |       | -O-, -CO-, -O-CO-, -CO-O- und/oder -CH=CH- |
|   |       | ersetzt sein können, bedeutet,             |

Z-A 
$$-CH_2-CH_2-O$$
,  $-CH_2O-O$ , oder

$$z^1$$
 -CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub> oder eine Einfachbindung,

Phe unsubstituiertes oder ein- oder mehrfach

durch F- und/oder Cl-Atome und/oder CH<sub>3</sub>
und/oder CN-Gruppen substituiertes 1,4
Phenylen,

und

bedeutet.

 Verwendung der Verbindungen der Formel I nach Anspruch 1 als Komponenten flüssigkristalliner Phasen.

- 3. Flüssigkristalline Phase mit mindestens zwei flüssigkristallinen Komponenten, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eine Komponente eine Verbindung der Formel I ist.
- 5 4. Flüssigkristallanzeigeelement, dadurch gekennzeichnet, daß es eine Phase nach Anspruch 3 enthält.

| I. CLASSIFICATI N OF SUBJECT MATTER (if several classification symbols application to international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification and international Patent Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification are included in the international Patent Classification (IPC) or to both National Classification (I | C 09 K 19/34   |
|--|--|
| Int. Cl. 4 C 07 D 213/06, C 07 D 213/62,  Minimum Documentation Searched 7  Classification System   Classification Symbol  Int.Cl. 4 C 07 D 213/00, C 09 K 19/00  Documentation Searched other than Minimum Documentation Searched other S | C 09 K 19/34   |
| I. FIELDS SEARCHED  Minimum Documentation Searched 7  Classification Symbo  Int.Cl. 4 C 07 D 213/00, C 09 K 19/00  Documentation Searched other than Minimum Documentation Searched 7  | ols .  |
| Minimum Documentation Searched 7  Classification Symbol  Int.Cl. 4  C 07 D 213/00, C 09 K 19/00  Documentation Searched other than Minimum Documentation Searched 7  | mentation  |
| Int.Cl. 4 C 07 D 213/00, C 09 K 19/00  | mentation  |
| Int.Cl. 4 C 07 D 213/00, C 09 K 19/00  | mentation  |
| Documentation Searched other than Minimum Documentation Searched other Sear | mentation<br>Fields Searched <sup>6</sup>  |
| Documentation Searched other than Minimum Docur to the Extent that such Documents are included in the  | mentation<br>Fields Searched <sup>6</sup>  |
|  |  |
|  |  |
| III. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT   |  |
| ategory •   Citation of Document, 11 with indication, where appropriate, of the relev  | vant passages 12 Relevant to Claim No. 13  |
| X GB, A, 2092169 (B.B.C. LTD) ll August l<br>see claims 1-3  | 1-3  |
| X EP, A, 0056501 (B.B.C. AG) 28 July 1982 see claims 1,2   | , 1–4  |
| X Chemical Abstracts, Volume 104,Nr. 5,  | 1-4  |
| 3 February 1986 (Columbus, Ohio, US), abstract Nr. 34011k, & JP, A, 60149564 (CHISSO CORP.), 7 see abstract cited in the application   | August 1985,   |
| Y EP, A, 0168683 (HOFFMANN-LA ROCHE) 22 January see claims 1,12  | nuary 1986, 1-4  |
| Y EP, A, 0164721 (CHISSO CORP.) 18 Decembers see claims 1,6  | r 1985, 1-4  |
|  |  |
| "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance  "E" earlier document but published on or after the international filing date  "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)  "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means  "T" document which may throw doubts on priority claim(s) or involve a involve as in the art of the international filing date but  | it of particular relevance; the claimed invention considered novel or cannot be considered in inventive step at the claimed inventive considered inventive step when the considered to involve an inventive step when the combined with one or more other such document combination being obvious to a person skill- |
| IV. CERTIFICATION  | a of this International Search Report  |
| Date of the Actual Completion of the International Search   Date of Mailing  | g of this International Search Report  |
| Circulus of A  | st 1989 (02.08.89)   |
| International Searching Authority  | Tamoniaga Omeo   |
| European Patent Office   |  |

| P-A- G164721                  | 28-07-82 | DE-A- 6456<br>JP-A- 31481                          | Publica                                      | /            | s <del>ef</del> |
|-------------------------------|----------|--|--|--------------|-----------------|
| -04721                        | 18-12-85 | JP-A- 57139167<br>JP-A- 61083136<br>JP-A- 61001664 | 29-07-84<br>06-08-82<br>27-08-82<br>27-08-82 |              | ٠.,             |
|                               |          | 4642199  | 07-01-86<br>04-03-86<br>0-02-87              |              |                 |
|                               |          | e.   |  |              | . •             |
|                               |          |  |  | <del>.</del> |                 |
| European Patent Office, No. 1 | 2/82     | 6  |  |              |                 |
|                               |          |  |  |              |                 |
|                               |          | /  | •  |              |                 |

|  |  | *** · · · · · · · · · · · · · · · · · ·   |   |  |
|--|--|---|---|--|
|  | ASSIFIKATION DES ANMELDUNGSGEGENSTANDS (bei  |   | nzugepen) 6   |  |
|  | h der Internationalen Patentklassifikation (IPC) oder nach der   |   |   |  |
| Int Cl 4   | C 07 D 213/06, C 07 D 213/62   | 2, C 09 K 19/34   |   |  |
| II. REC  | HERCHIERTE SACHGEBIETE   |   |   |  |
|  |  | Mindestprüfstoff <sup>7</sup>   |   |  |
| Klassitik  | kationssystem  | Klassifikationssymbole  |   |  |
| Int. Cl.4  | C 07 D 213/00, C 09 K  | 3 19/00   |   |  |
|  |  | gehorende Veröffentlichungen, soweit diese<br>ten Sachgebiete fallen <sup>8</sup>   |   |  |
|  |  |   | ·   |  |
| III. EIN   | SCHLÄGIGE VERÖFFENTLICHUNGEN <sup>9</sup>  |   |   |  |
| Art*   | Kennzeichnung der Veröffentlichung 11, soweit erforderlich   | ch unter Angabe der maßgeblichen Teile 12   | Betr. Anspruch Nr. 13   |  |
| Х  | GB, A, 2092169 (B.B.C. LTD) siehe Ansprüche 1-3  | 11. August 1982,  | 1-3 ,   |  |
|  |  |   |   |  |
| x  | EP, A, 0056501 (B.B.C. AG) 2<br>Ansprüche 1,2  | 28. Juli 1982, siehe  | 1-4   |  |
| Х  | Chemical Abstracts, Band 104, Nr. 5, 3. Februar 1986 (Columbus, Ohio, US), page 542, Zusammenfassung Nr. 34011k, & JP, A, 60149564 (CHISSO CORP.) 7. August 1985, siehe Zusammenfassung  |   |   |  |
|  | in der Anmeldung erwähnt   |   |   |  |
|  |  |   |   |  |
| Y  | EP, A, 0168683 (HOFFMANN-LA<br>1986, siehe Ansprüche 1,  |   | 1-4   |  |
|  |  | . /   |   |  |
| "A" Ve<br>def<br>"E" älte<br>tio   | dere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen 10: röffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik finiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist eres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internanalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist                                 | "T" Spätere Veröffentlichung, die nach de meldedatum oder dem Prioritätsdatum ist und mit der Anmeldung nicht kollik Verständnis des der Erfindung zugru oder der ihr zugrundeliegenden Theorie | veröffentlicht worden<br>diert, sondern nur zum<br>Indeliegenden Prinzips |  |
| zw<br>fen<br>nar<br>and  | röffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch<br>eifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröf-<br>itlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht ge-<br>inten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem<br>deren besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt) | "X" Veröffentlichung von besonderer Bede<br>te Erfindung kann nicht als neu oder al<br>keit beruhend betrachtet werden<br>"Y" Veröffentlichung von besonderer Bede                              | uf erfinderischer Tätig-<br>utung; die beanspruch-                        |  |
| "O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht  te Erfindung kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit ruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser K gorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung |  |   |   |  |
| tun  | röffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldeda-<br>n, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffent-<br>nt worden ist   | einen Fachmann naheliegend ist "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselbe  | ·   |  |
|  | CHEINIGUNG   |   |   |  |
|  | m des Abschlusses der internationalen Recherche Juli 1989  | Absendedatum des internationalen Recher   | chenberichts  |  |
| Inter  | nationale Recherchenbehorde  | Unterschrift des bevollmachtigt n Bediens   | teten /   |  |
|  | Europäisches Patentamt   | 11.700  |   |  |

## ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

EP 8900408 SA 28005

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 25/07/89

The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

| Patent document cited in search report | Publication<br>date | Patent family member(s)                        | Publication date |
|--|---------------------|--|------------------|
| GB-A- 2092169                          | 11-08-82            | CH-A- 64566<br>DE-A- 314814<br>JP-A- 5712688   | 8 29-07-82       |
| EP-A- 0056501                          | 28-07-82            | JP-A- 5713916                                  | 7 27-08-82       |
| EP-A- 0168683                          | 22-01-86            | JP-A- 6108313                                  | 6 26-04-86       |
| EP-A- 0164721                          | 18-12-85            | JP-A- 6100166<br>JP-A- 6104486<br>US-A- 464219 | 5 04-03-86       |

ing a tipe i made lags. STORY HAVE THE A

| • | Kennzeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der maßgeblicher | n Teile Betr. Anspruch Nr. |
|---|---|----------------------------|
|   | EP, A, 0164721 (CHISSO CORP.) 18. Dezember 19<br>siehe Ansprüche 1,6                  | 985, 1-4                   |
|   |   |                            |
|   | ·   |                            |
| İ |   | ·                          |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
| İ | ·   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   | ·                          |
|   |   |                            |
| , |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   | -   |                            |
|   | -   |                            |
|   |   |                            |
|   | <del></del>   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   | ·   |                            |
|   |   | ·                          |
|   |   |                            |
|   |   |                            |
|   |   |                            |

In diesem Anhang sind die Vittglieder der Patentfamilien der im obengenannten internationalen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.

Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am 25/07/89 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

| Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument | Datum der<br>Veröffentlichung | Mitglied(er) der<br>Patentfamilie |                                 | Datum der<br>Veröffentlichung    |   |
|---|-------------------------------|-----------------------------------|---------------------------------|----------------------------------|---|
| GB-A- 2092169                                   | 11-08-82                      | CH-A-<br>DE-A-<br>JP-A-           | 645664<br>3148148<br>57126880   | 15-10-84<br>29-07-82<br>06-08-82 |   |
| EP-A- 0056501                                   | 28-07-82                      | JP-A-                             | 57139167                        | 27-08-82                         |   |
| EP-A- 0168683                                   | 22-01-86                      | JP-A-                             | 61083136                        | 26-04-86                         | 7 |
| EP-A- 0164721                                   | 18-12-85                      | JP-A-<br>JP-A-<br>US-A-           | 61001664<br>61044865<br>4642199 | 07-01-86<br>04-03-86<br>10-02-87 | , |